

U.S. Appl. Oct. 29, 1963; 12 pp. The title products are used as shortenings for bread, cake, and glaze, to improve the volume, texture, and palatability. Thus, to a soln. of 0.2 mole succinic anhydride and 1 ml. 70% HClO₄ in 300 ml. dry pyridine is added a soln. of 0.1 mole 1,3-distearin in 600 ml. dry CHCl₃ in 30 min. The mixt. is stirred for 1 hr., kept 8 days at 27°, and dild. with 2 l. H₂O and 1 l. Et₂O. The ether soln. is washed with 8% HCl, 4 % HCl, and H₂O, and evapd. The residue is recrystd. from 2 l. hexane at 27°, dissolved in 1.5 l. Me₂CO, stirred 4 hrs. with 60 g. urea at 40°, and filtered. The filtrate is dild. with 2 l. hexane and washed with H₂O, to give 37 g. 1,3-distearin H succinate R¹-CO₂CH₂CH(O₂CR²)CH₂O₂CR³ (I) [R¹ = R² = C₁₇H₃₅ (A), R³ = CH₂CH₂CO₂H (B)], m. 41.6-78.7°. Other I prepd. are (R¹, R², R³, and m.p. given): A, A, B, 55.9-77.3°; A, A, (CH₃)₂CO₂H (C), 51.5-65.2°; A, C, A, 38.1-69.0°; A, B, B, 42.0-85.9°; B, A, B, 33.7-78.3°. Gerben Sipma

Catalyst for the production of maleic anhydride. Ukrainian Scientific-Research Institute of the Food Industry (by I. A. Moskaleva and D. S. Shmulevich). U.S.S.R. 173,717 (Cl. B 017), Aug. 6, 1965, Appl. Oct. 26, 1963. The catalyst for obtaining maleic anhydride by oxidn. of benzene consists of the oxides of V, Mo, and Co with addn. of an alkali metal, deposited on a support and is modified to increase the product yield by making the catalyst compn. as follows: V₂O₅ 50.4, MoO₃ 27.9, Co₂O₃ 4.6, and Na 1.1%. The catalyst is further modified by using low porosity corundum with a porosity of 0.7-9% as the support. From *Byul. Izobrd. i Tovarnykh Znakov* 1965(16), 23-4.

Polymeric lactones containing thio ether groups (as photo sensitizers). James L. Graham and John Sagal, Jr. (to Eastman Kodak Co.). U.S. 3,227,692 (Cl. 260-78.3), Jan. 4, 1966, Appl. June 25, 1962; 3 pp. Division of U.S. 3,046,129 (CA 57, 16043g). The disclosure is similar but the claims are different.

Thio acids. Societe Nationale des Petroles d'Aquitaine (by Paul Vanncl). Fr. 1,417,154 (Cl. C 07c), Nov. 12, 1965, Appl. July 28, 1964; 12 pp. Acid anhydrides are allowed to pass down a column contg. anionic exchange resins into an atm. of excess H₂S at 20-40° to give high yields of thio acids. A schematic diagram illustrates a device for industrial production. Thus, Ac₂O and H₂S at a rate of 3 kg./hr. and 2000 l./hr., resp., were passed through Amberlite IRA-401 (OH form) for 10 hrs. The product was fractionated to give 21.500 kg. AcSH, b. 88-92°. Similarly, (EtCO)₂O gave EtC(O)SH, b. 50-2°.

Dimethylacetamide. E. I. du Pont de Nemours & Co. (by John A. James, Jr., and Charles J. Kramis). Fr. 1,406,279 (Cl. C 07c), July 16, 1965; U.S. Appl. Oct. 4, 1963; 13 pp. Dimethylacetamide is prepd., starting from acetic acid or anhydride and dimethylamine with about a 1% monomethylamine, in the following way: A mixt. of anhyd. AcOH and a 100% excess of the impure dimethylamine is heated at 180°-235° for 0.5-1 hr. in a continuous reactor at a pressure of 35-40 kg./cm.² The reaction mixt. is introduced in a first fractionating column from which is removed at the top a mixt. of water and dimethylamine (which is fractionated sep. and the dimethylamine recycled), and at the bottom remains a mixt. of AcOH, dimethylacetamide, and the impurity of monomethylacetamide. This mixt. is introduced in the central zone of a second fractionating column, from which at the bottom we take out a ternary azeotrope AcOH-dimethylacetamide-monomethylacetamide, with a max. b.p., which is recycled, and at the top is obtained pure dimethylacetamide. Juan Castaner Gargallo

Purifying acrylamide. Badische Anilin- & Soda-Fabrik A.-G. (by Ludwig Beer, Friedrich Brunnmueller, and Horst Metzger). Fr. 1,415,121 (Cl. C 07c), Oct. 22, 1965; Ger. Appl. Nov. 15, 1963; 14 pp. Acrylamide (I) made by the H₂SO₄ sapon. of acrylonitrile is freed from mineral salt impurities by dissolving it in a C₂-alc., removing insol. matter from the soln., and then crystg. I from the purified soln. Thus, crude I contg. 3-10% (NH₄)₂SO₄ and 10-40 ppm. Fe was dissolved in MeOH, EtOH, iso-PrOH, or iso-BuOH, insol. matter was filtered from the solns., and purified I contg. <0.2% (NH₄)₂SO₄ and <1 ppm. Fe was crystd. therefrom. The purified and unpurified I were compared by homopolymerizing in H₂O in the presence of K₂S₂O₈ and Na formaldehydesulfoxylate, and copolymerizing them with a mixt. of styrene, Et acrylate, and acrylic acid in BuOH contg. cumene hydroperoxide followed by treatment with HCHO in BuOH. In each case, the polymer prepd. from the purified I had a higher K value, lower viscosity, and better color than the corresponding polymer made from unpurified I.

Lauro lactam. Inventa A.-G. Neth. Appl. 6,501,106 (Cl. C 07d), Aug. 2, 1965; Swiss Appl. Jan. 20, 1964; 8 pp. The title compd., I, was prepd. under conditions allowing the product to be worked up in the liquid phase. Thus, to a soln. of 117 g. cyclododecanone in 200 ml. H₂O, adjusted to pH 4 with H₂SO₄, was added 20 g. H₂NOH.0.5 H₂SO₄ at 90-92°. The pH was maintained at 3.5-4.5 by addn. of 10% NH₄OH. The mixt. was heated to 95-96° after 2 hrs. to give 120 g. liquid cyclo-

dodecanone oxime-cyclododecanone mixt., which was added dropwise to 150 ml. 100% H₂SO₄ at 30°. The soln. was passed through a vertical steel tube at 125° during 75 min., dild. with 3 l. H₂O at 95°, the organic phase sepd., and washed with hot H₂O and 5% NH₄OH. The mixt. was fractionated to give 69.5 g. cyclododecanone, b. 84-86°, and 46.7 g. ϵ -dodecanonolactam, I, b. 168-70°. J. H. Jordaan

Caprolactam. Stamcarbon N. V. Neth. Appl. 6,404,371 (Cl. C 07d), Oct. 25, 1965, Appl. April 22, 1964; 4 pp. Cyclohexanone oxime (I) (11 g.) and 20 g. PhC(:NBU)Cl dissolved at 10° in 200 cc. Et₂O and refluxed 0.5 hr. gave 10 g. 88%-pure caprolactam (II). I (28 g.) in 150 cc. Et₂O treated at 10-15° with 55 g. N-phenylhexahydrobenzimidazole chloride in 200 cc. Et₂O and refluxed 0.5 hr. gave 28.5 g. 90%-pure II. I (50.5 g.) in 100 cc. C₆H₆ added with stirring to 60 g. MeC(:NH)Cl in 150 cc. MeCN at 10-20° and stirred 0.5 hr. at 45-50° yielded 52.5 g. 98%-pure II. F. W. Hoffmann

ϵ -Valerolactam. Showa Denko K. K. (by Toyoji Uchura). Japan. 26,530('65), Nov. 17, Appl. Nov. 30, 1962; 3 pp. ϵ -Valerolactone (I) or its polymer is allowed to react with NH₃ at 230-300° in the presence of Friedel-Crafts catalyst to manuf. the title product (II). In an example, a mixt. of 20 g. I, 20 cc. liquid NH₃, 0.2 g. FeCl₃, and 40 cc. MeOH is heated at 260° and 55 atm. 6 hrs. in a 200-cc. autoclave to give 10.85 g. II, b. 136-8°, or m. 40°. The use of ZnBr₂ instead of FeCl₃ is also described. Hiroshi Katoka

Imidoyl halides. Angelo J. Speziale and Lowell R. Smith (to Monsanto Co.). U.S. 3,230,255 (Cl. 200-506), Jan. 18, 1966, Appl. March 16, 1962; 3 pp. Compds. X₂CH₂-C(O)NHR (X = halogen, n = 2 or 3) reacted with PR'₃ (compd. with trivalent P) to give X₂CH₂-CX₂:NR. To a soln. of 47.7 g. Cl₂CC(O)NPh in 200 ml. C₆H₆, 40.5 g. Bu₃P was added dropwise below 40°. After stirring for 2 hrs. the soln. was heated 0.5 hr. to 50°. Fractionation yielded 14.6 g. Cl₂CHC(Cl):NPh, b. 83-6°, n_D²⁰ 1.5065. Similarly prepd. were: Cl₂CHC(Cl):N(Et), b. 72°, n_D²⁰ 1.4792; ClCH₂CCl(:NPh), b. 73-5°, n_D²⁰ 1.5077. Also claimed is ClFCHC(Cl):NPh. Th. Weil

Caprolactam and ϵ -aminocaproic acid. E. I. du Pont de Nemours & Co. Belg. 649,887, Oct. 10, 1964, Appl. June 29, 1964; 8 pp. The title compds. were synthesized by catalytic redn. of 6-nitro-6-oximohexanoic acid (adipumnonitric acid) (I). Thus, in a 300 ml. autoclave a 5 g. mixt. of I (80%) and adipic acid (20%), 3 g. Ru (5% on C), 50 ml. anhyd. MeOH, and 50 ml. anhyd. NH₃ were charged at room temp. with H (140 kg./cm.²), heated 0.5 hr. at 40-50° and then 1 hr. at 200°. Basic hydrolysis of an aliquot showed 80% conversion to a mixt. of 51% caprolactam (II), 1% hexamethylenediamine (III), and 45% ϵ -aminocaproic acid (IV) by paper chromatographic analysis. Replacement of NH₃ by MeOH gave comparable results. Increasing the terminal heating to 220° gave 95% conversion to a mixt. of 43% II, 5% III, and 45% IV. Raney Ni in H₂O or EtOH, Ru on Al₂O₃ in tetrahydrofuran, and Pd-C in H₂O gave inferior results. This method yields the title compds. without Beckmann rearrangement. Virginia F. Stout

Preparation of α,α -dichloropropionitrile. Leuna-Werke "Walter Ulbricht". Neth. Appl. 6,403,537 (Cl. C 07c), Oct. 4, 1965, Appl. April 2, 1964; 6 pp. MeCCl₂CN (I) is prepd. by the reaction of Cl and EtCN (II); this reaction does not start immediately and can become explosive. It has been found that, when O-contg. org. derivs. (III) are added to II before the Cl stream is passed through the soln., the induction time is greatly reduced and the reaction proceeds smoothly. Thus, to 70 kg. II, in an acid resistant reactor provided with a reflux cooler, connected to an HCl-absorbing device, cooled at -10 to -15°, 700 g. BuOH is added, and the mixt. is stirred. Cl (6 kg./hr.) is

III	Wt.-% III	Induction time, min	Temp., when reaction starts
ethanol	1	80	68°
propanol	1	90	52°
isopropanol	1	55	60°
isobutanol	1	30	65°
isoamyl alc.	1	120	60°
dilaopropylcarbinol	1	105	55°
dodecyl alc.	1	105	60°
cyclohexanol	1	130	64°
benzyl alc.	1	80	60°
phenol	1	52	57°
acetaldehyde	1	55	60°
propionaldehyde	2	60	62°
butyraldehyde	1	85	57°
acetone	2	120	51°
methyl ethyl ketone	1	66	56°
cyclopentanone	1	55	65°
cyclohexanone	1	75	65°
ethyl formate	1	75	66°
ethyl acetate	0.5	30	60°
iso-Bu benzoate	3	180	51°
diethyl ether	0.5	35	58°
dipropyl ether	0.5	35	60°
anisole	1	60	69°
dibenzyl ether	1	55	62°
dioxane	1	60	65°
4,4-dimethyl-1,3-dioxane	1	80	65°
butyrolactone	1	180	64°

bubbled through the soln.; the Cl dissolves and the color turns to yellow-green, while the temp. increases slowly. After an induc-

BREVET D'INVENTION

P.V. n° 986.720

N° 1.406.279

Classification internationale

C 07 c



Procédé de fabrication de la diméthylacétamide.

Société dite : E. I. DU PONT DE NEMOURS AND CO. résidant aux États-Unis d'Amérique.

Demandé le 31 août 1964, à 16^h 38^m, à Paris.

Délivré par arrêté du 8 juin 1965.

(Bulletin officiel de la Propriété industrielle, n° 29 de 1965.)

(Demande de brevet déposée aux États-Unis d'Amérique le 4 octobre 1963, sous le n° 320.946, aux noms de MM. John Alexander JAMES Jr et Charles Joseph KRAMIS.)

La présente invention concerne un procédé de fabrication de la diméthylacétamide, et plus particulièrement un procédé de fabrication de la diméthylacétamide à partir de l'acide acétique et de la diméthylamine qui permet des procédés de purification perfectionnés.

Dans la technique on a longtemps considéré que l'acide acétique et la diméthylamine peuvent réagir pour donner la diméthylacétamide. Cependant, la séparation de la diméthylacétamide d'avec ses diverses impuretés réactionnelles constitue un obstacle et un procédé coûteux ne convenant pas à une application industrielle.

Or la demanderesse a trouvé qu'en faisant réagir de la diméthylamine, qui contient une petite quantité de monométhylamine comme impureté, avec de l'acide acétique ou de l'anhydride acétique sous des conditions telles que l'on obtienne une conversion suffisamment élevée de ces réactifs en diméthylacétamide, il devient économiquement possible de recycler l'acide acétique qui n'a pas réagi sous la forme d'un azéotrope ternaire de point d'ébullition maximum avec la diméthylacétamide et la monométhylacétamide, en évitant ainsi le stade de purification coûteux additionnel utilisé dans les procédés de la technique antérieure.

Le procédé de l'invention est essentiellement un procédé continu à deux stades, comportant un stade de réaction et un stade de séparation. Dans le premier stade on fait réagir l'acide acétique glacial ou l'anhydride acétique et la diméthylamine anhydre et des traces de monométhylamine, ce qui donne la diméthylacétamide. Dans le deuxième stade, le produit de la réaction contenant la diméthylacétamide et provenant du premier stade est purifié par un procédé de distillation ce qui conduit à une séparation hautement efficace de la diméthylamine d'avec la diméthylacétamide. La diméthylacétamide ainsi obtenue est presque pure à 100 %, et ne contient que des quantités très petites d'eau, d'acide acétique et de diméthylamine comme impuretés.

Dans le stade de réaction, l'acide acétique glacial ou bien l'anhydride acétique, la diméthylamine anhydre et les traces de monométhylamine sont mis en réaction en continu à une température comprise entre 180 °C et 235 °C, et à une pression comprise entre 35 et 49 kilogrammes par centimètre carré au manomètre. On utilise un excès de 50 % à 100 % de la diméthylamine (excès compté en équivalents). La réaction est effectuée dans un échangeur de chaleur classique, sous des conditions fournissant une phase liquide, avec une durée de réaction comprise entre 1/2 et 1 heure.

Par l'application de ces conditions et un réacteur prévu pour réduire au minimum un nouveau mélange des réactifs, par exemple un réacteur tubulaire ayant un rapport entre sa longueur et son diamètre d'au moins 500 : 1, on peut obtenir une conversion de 96 % à 99 % en poids de l'acide acétique ou de l'anhydride acétique en diméthylacétamide.

Ainsi, par exemple, lorsqu'on utilise de l'acide acétique glacial et un excès de 100 % de diméthylamine, le mélange résultant du stade de réaction contient environ 57 pour cent en poids de diméthylacétamide, de 1 à 1,5 % en poids d'acide acétique, environ 30 % de diméthylamine, environ 11 pour cent en poids d'eau et environ 0,5 pour cent en poids de monométhylacétamide.

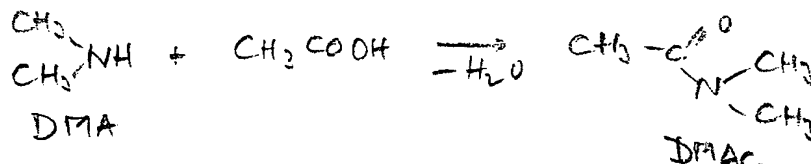
Le produit de synthèse liquide est ensuite amené à environ la pression atmosphérique et chargé au voisinage du milieu d'une première unité d'un groupe de deux unités de distillation, pour séparer la diméthylamine et l'eau de la diméthylacétamide, de l'acide acétique qui n'a pas réagi et de la mono-

difficile à séparer
Durch einen
Säulen!

Zusammenfassung
Bedingungen

65 2191 0 73 504 3

Prix du fascicule : 2 francs



méthylacétamide. La baisse de pression est obtenue sans perte de chaleur sensible en laissant une portion du liquide s'évaporer rapidement de façon à utiliser totalement ses calories dans la première colonne de distillation. Dans cette manière, une charge partiellement vaporisée est fournie à la première colonne de distillation. Cela est avantageux parce qu'on obtient un équilibre de marche entre les zones supérieures et inférieures de la colonne.

La première colonne travaille normalement à la pression atmosphérique, ou bien à une pression légèrement supérieure, pour permettre la condensation de la vapeur de tête pour le reflux avec l'eau de refroidissement. Les pressions supérieures à $3,5 \text{ kg/cm}^2$ au manomètre ne sont pas économiques à cause des hautes températures nécessaires pour les fonds de fours. Les températures opératoires de préférence à la pression atmosphérique seront entre 165°C et 170°C au fond, entre 95°C et 105°C , au sommet et entre 100°C et 120°C au point de charge. — Feed

La fraction de tête de cette première colonne, contenant de la diméthylamine et de l'eau, peut être partiellement ou totalement condensée, une fraction étant renvoyée comme reflux, et le reste soutiré en vue d'une séparation ultérieure de l'eau et de la diméthylamine dans un appareil de distillation classique dans lequel l'eau est éliminée et la diméthylamine recyclée au réacteur.

Les fractions de queue de la première colonne, contenant de la diméthylacétamide, de l'acide acétique qui n'a pas réagi et de la monométhylacétamide, peuvent être soutirées soit sous forme liquide soit sous forme d'un courant de vapeur secondaire. Le soutirage sous forme liquide est préférable pour des raisons d'économie et de commodité. Il est préférable d'éliminer le liquide de base sous forme d'un courant secondaire plutôt du fond de la colonne étant donné que ceci permet aux impuretés de point d'ébullition élevé de s'accumuler au fond de la colonne; elles peuvent être éliminées par purges périodiques.

Le courant secondaire de queue provenant de la première colonne est chargé, sous forme liquide ou de vapeur, au voisinage du milieu de la deuxième colonne pour en séparer les composants. Le type et les conditions de marche de la deuxième colonne sont classiques. L'acide acétique est éliminé au fond de la colonne sous forme d'un azéotrope ternaire de point d'ébullition maximum avec la diméthylacétamide et la monométhylacétamide pour être recyclé au réacteur, et la diméthylacétamide pure est retirée au sommet de la colonne.

L'invention est illustrée par le dessin annexé qui est le schéma d'une installation pour la mise en œuvre du procédé. La diméthylamine avec des traces de monométhylamine est chargée par la

conduite 1 et la pompe 2, et l'acide acétique ou l'anhydride acétique sont chargés par la conduite 3 et la pompe 4, dans une canalisation commune 5. La conduite 5 aboutit à l'échangeur de chaleur 6 dans lequel réagissent la diméthylamine, les traces de monométhylamine et l'acide acétique ou l'anhydride acétique.

Le produit de synthèse est ensuite admis par la conduite 7 au milieu 8 de la première colonne de distillation 9. Dans cette colonne 9, l'eau, la diméthylamine et la monométhylamine sont retirées au sommet par l'intermédiaire du conduit 10, et sont admises dans le condenseur 11 refroidi à l'eau. Le condensat empruntant le tuyau 12 est divisé en un courant de reflux (conduite 13) et en un courant de distillat liquide (conduite 14). La vapeur de tête n'a pas besoin d'être totalement condensée de sorte qu'une portion du distillat peut être soutirée sous forme de vapeur par la conduite 15, réunie au distillat liquide dans la conduite 16 et chargée dans une unité classique 17, dans laquelle l'eau (en queue) et la diméthylamine et la monométhylamine (en tête) sont séparées. Les diméthylamine et la monométhylamine ainsi déshydratées sont ensuite recyclées par l'intermédiaire de la conduite 18 au courant de charge de la diméthylamine.

Du fond de la colonne de distillation 9 on retire, par l'intermédiaire de la conduite 19, un courant de queue contenant de la diméthylacétamide, de la monométhylacétamide et de l'acide acétique. L'unité 21 est une unité classique servant à vaporiser l'effluent liquide, empruntant la conduite 20 de la colonne 9 et à l'y retourner sous forme de vapeur par l'intermédiaire de la conduite 22.

Le liquide ou la vapeur est chargé, par la conduite 19, vers le milieu 23 de la deuxième colonne 24. Dans la colonne 24, la diméthylacétamide pure est soutirée en tête par la conduite 25, condensée dans le condenseur 26 refroidi à l'eau, et divisée en un courant de reflux (conduite 27), et un courant de produit final (conduite 28). L'azéotrope ternaire de point d'ébullition maximum de diméthylacétamide de monométhylacétamide et d'acide acétique est soutiré, par l'intermédiaire de la conduite 32. L'unité 30 est une unité classique permettant d'entretenir l'ébullition dans la colonne en évaporant l'effluent liquide soutiré de la colonne par la conduite 31 et le renvoyant à la colonne sous forme de vapeur par la conduite 29.

L'azéotrope ternaire de point d'ébullition maximum ainsi retiré, de la colonne 24 est recyclé au courant de charge 3 de l'acide acétique pour être envoyé à l'échangeur de chaleur 6.

Les exemples suivants sont donnés à titre illustratif et nullement limitatif de l'invention :

Exemple 1. — En utilisant une installation telle qu'illustrée au dessin, on mélange $204,5 \text{ kg}$ par heure de diméthylamine contenant $0,1 \%$ en poids

Entspannung

P.T.
1. colonne

Sumpt
Kopf

Kopfstrom
Kal.:
DMA + H₂O

Sumpt 1. Kol.:
MA, CH₃COOH,
DMAc

Feed
2. Kol.

Sumpt:
2. Kol. Azéotrope

Kopf:
2. Kol. DMAc

2. Kol.: "Mischung" Schmelzbed. u. Kol.-typ

de monométhylamine avec 102 kg/heure de diméthylamines et monométhylamines recyclées et admet ce mélange à la pompe où on porte la pression à 42 kg/cm² au manomètre. On charge de même 272 kg/heure d'acide acétique et 54,5 kg/heure d'un mélange acide acétique-diméthylacétamide-monométhyl-acétamide provenant du bas de la colonne de raffinage produit et contenant 8 kg/heure d'acide acétique, 46 kg/heure de diméthylacétamide et 36 kg/heure de monométhylacétamide par l'intermédiaire d'une deuxième pompe et porte aussi la pression à 42 kg/cm² au manomètre.

On réunit les effluents des deux pompes et charge le mélange dans un réacteur à phase liquide du type échangeur de chaleur dans lequel la durée de contact est d'une heure, à la température d'environ 215 °C. On fait adiabaticquement baisser la pression du produit provenant du réacteur et composé de 441 kg/heure de diméthylacétamide, de 81,6 kg/heure d'eau, de 102 kg/heure de diméthylamine, de 36 kg/heure de monométhylacétamide et de 8,2 kg/heure d'acide acétique, de 42 kg/cm² au manomètre jusqu'à environ la pression atmosphérique, moyen par lequel le liquide se vaporise partiellement.

On admet cette charge au milieu de la première des deux colonnes de distillation à environ 120 °C. On condense partiellement la vapeur provenant du haut de la colonne dans une unité refroidie à l'eau, et renvoie une portion du condensat liquide à la colonne de distillation comme reflux. On réunit le reste du condensat liquide avec la vapeur non condensée et charge le mélange dans un appareil de distillation classique en vue de la déshydratation des diméthylamines.

On charge la matière provenant de la base de la première colonne dans l'appareil de vaporisation. On renvoie les vapeurs, à 175 °C, à la base de la colonne.

On retire un courant latéral liquide au niveau du plateau du fond de la colonne et consistant en 441 kg/heure de diméthylacétamide, 8 kg/heure d'acide acétique, 36 kg/heure de monométhylacétamide et 9 grammes/heure d'eau. On charge le

liquide vers le milieu de la deuxième colonne de distillation travaillant sous une pression absolue de 400 mm de mercure. On condense la vapeur de tête à 143 °C dans une unité refroidie à l'eau. On renvoie quatre-vingts pour cent du condensat dans la colonne comme reflux et on soutire le reste, consistant en 395 kg/heure de diméthylacétamide, 90 grammes/heure d'acide acétique, 4,5 grammes/heure de diméthylamine et 90 g/heure d'eau, comme produit fini.

On divise l'effluent liquide provenant du bas de la deuxième colonne en deux courants, une portion étant recyclée au réacteur et le reste étant envoyé au dispositif de vaporisation pour l'ébullition de la colonne à 175 °C.

Exemple 2. — On procède comme décrit à l'exemple 1, à l'exception du fait qu'on retire le courant latéral de la première colonne sous forme de vapeur. Les autres conditions du procédé sont les mêmes, ainsi que le produit final.

RÉSUMÉ

A. Procédé de fabrication de diméthylacétamide, procédé caractérisé par le fait qu'il comprend les stades :

a. De réaction d'un composé tel l'acide acétique ou son anhydride, avec un excès (calculé en équivalents) de 50 % à 100 %, de diméthylamine contenant environ 0,1 % en poids de monométhylamine, à une température de 180 à 235 °C et sous une pression de 35 à 42 kg/cm² au manomètre pendant une demi-heure à une heure et

b. De séparation de la diméthylacétamide résultante d'avec les sous-produits de la réaction et les réactifs qui n'ont pas réagi, par distillations fractionnées successives tout en recyclant l'acide acétique qui n'a pas réagi à la zone de réaction sous la forme de son azéotrope ternaire de point d'ébullition maximum avec la diméthylacétamide et la monométhylacétamide.

Société dte :

E. I. DU PONT DE NEMOURS AND CO.

Par procuration :

SIMONNOT & RINUT

→ ca. 20,4 ppm Wasser
(benzen auf DMSO!!)

"courant latéral au niveau
du plateau du fond" → eher Sumpf- als
Seitenstrom!

→ kein
Benz-DMSO
227,8 ppm
Wasser!

N° 1.406.279

Société dite :

Pl. unique

E.I. du Pont de Nemours and Company

